

## SU 311906

Document Identifier task started on Mon Aug 7, 2006 at 4:38 PM

Explored by Document Identifier in CAPLUS and MEDLINE.

CAPLUS Answers

1 for SU311906

MEDLINE Answers

1 for SU311906

2 references were found (0 duplicates removed)

Copyrights:

CAPLUS: Copyright © 2006 American Chemical Society. All Rights Reserved. (The UK patent material in this product/service is UK Crown copyright and is made available with permission. © Crown Copyright. The French (FR) patent material in this product/service is made available from Institut National de la Propriete Industrielle (INPI).)

MEDLINE: Produced by the U.S. National Library of Medicine

REGISTRY: Copyright © 2006 American Chemical Society. All Rights Reserved. (Some records contain information from GenBank(R). See also: Benson D.A., Karsch-Mizrachi I., Lipman D.J., Ostell J., Rapp B.A., Wheeler D.L. Genbank. Nucl. Acids Res. 28(1):15-18 (2000). Property values tagged with IC are from the ZIC/VINITI data file provided by InfoChem.)

CASREACT: Copyright © 2006 American Chemical Society. All Rights Reserved. (In addition to reactions indexed by CAS, CASREACT contains reactions derived from the following sources: ZIC/VINITI database (1974-1991) provided by InfoChem, INPI data prior to 1986, and Biotransformations database compiled under the direction of Professor Dr. Klaus Kieslich.)

CHEMLIST, CHEMCATS: Copyright © 2006 American Chemical Society. All Rights Reserved.

## SU 311906

## Bibliographic Information

**Cyclic  $\alpha$ -cyanoketone oximes.** Unkovskii, B. V.; Kopranenkov, V. N. (Lomonosov, M. V., Institute of Fine Chemical Technology, Moscow). U.S.S.R. (1971), CODEN: URXXAF SU 311906 19710819 Patent written in Russian.  
Application: SU 19700331. CAN 75:151421 AN 1971:551421 CAPLUS (Copyright (C) 2006 ACS on SciFinder (R))

## Patent Family Information

<u>Patent No.</u>	<u>Kind</u>	<u>Date</u>	<u>Application No.</u>	<u>Date</u>
SU 311906		19710819	SU	19700331

## Abstract

Cyclic  $\alpha$ -cyano ketone oximes were prepd. by treating 2-halo-1-nitroso-1-acetyl cycloalkanes with KCN in MeOH below 70°.

Союз Советских  
Социалистических  
Республик



Комитет по делам  
изобретений и открытий  
при Совете Министров  
СССР

# О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

311906

Зависимое от авт. свидетельства № —

Заявлено 31.III.1970 (№ 1419471/23-4)

с присоединением заявки № —

Приоритет —

Опубликовано 19.VIII.1971. Бюллетень № 25

Дата опубликования описания 17.XI.1971

МПК С 07с 131/02  
С 07с 81/04  
С 07с 121/46

УДК 547.339.2(088.8)

Авторы  
изобретения

Б. В. Унковский и В. Н. Копраненков

Заявитель

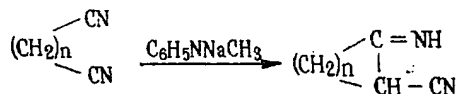
Московский институт тонкой химической технологии  
имени М. В. Ломоносова

## СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ОКСИМОВ ЦИКЛИЧЕСКИХ $\alpha$ -ЦИАНКЕТОНОВ

1

Изобретение относится к способу получения оксимов циклических  $\alpha$ -цианкетон (1-изонитрозо-2-цианоциклоанов), которые могут быть использованы для синтеза различных производных этих соединений (диаминов, кетокислот, аминокетонов, аминокислот и др.), обладающих биологической активностью.

В литературе описано получение иминов циклических  $\alpha$ -цианкетон циклизацией  $\alpha$ ,  $\omega$ -динитрилов по следующей схеме:



Циклизацию динитрилов производят в течение нескольких десятков часов в присутствии 5-кратного количества натрийметиланилина в среде чистого азота. При этом в ходе реакции необходимо поддерживать постоянную минимальную концентрацию  $\alpha$ ,  $\omega$ -динитрила, в противном случае резко снижается выход конечного продукта за счет увеличения продуктов межмолекулярной конденсации.

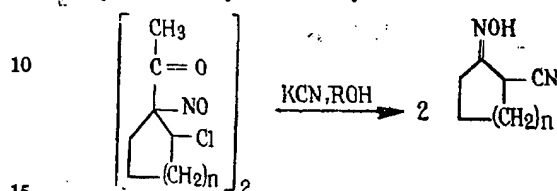
В литературе отсутствуют способы получения оксимов циклических  $\alpha$ -цианкетон.

Целью предлагаемого изобретения является разработка нового, простого способа получения оксимов циклических  $\alpha$ -цианкетон с высоким выходом.

2

Особенность предлагаемого способа заключается в том, что целевой продукт получают обработкой 2-галоген-1-нитрозо-1-ацетилциклоанов цианистым калием в спирте, например в метаноле, желательно при нагревании до температуры не выше 70°C.

Процесс ведут по следующей схеме:



где n — 0, 1, 2, 3 и т. д.

Найдено, что димерные 2-галоген-1-нитрозо-1-ацетилциклоаны под действием суспензии цианистого калия в метаноле при температуре 65—70°C превращаются в оксимы соответствующих  $\alpha$ -цианциклоанов с выходом 60—70%. Получение этих соединений другими способами затруднительно или невозможно из-за отсутствия удобных методов синтеза  $\alpha$ -цианциклоанов.

Пример 1. Оксим 2-цианциклогексанона.

В круглодонную колбу с мешалкой и обратным холодильником загружают 1,4 г

(0,0037 моль) димера 2-хлор-1-нитрозо-1 - ацетилциклогексана на 0,65 г (0,01 моль) цианистого калия и 15 мл метанола. Реакционную массу кипятят 6—8 час. После охлаждения выпавший осадок хлористого калия и непро-  
 реагировавшего цианистого калия отфильтро-  
 вывают. Раствор для очистки от исходного соединения пропускают через слой окиси алю-  
 миния и последнюю промывают 10—15 мл ме-  
 танола. Метанол отгоняют, а кристаллический  
 остаток перекристаллизовывают из смеси хло-  
 роформ-петролейный эфир. Получают 0,68 г  
 (66,7%) оксима 2-цианциклогексанона с т. пл.  
 115—116°C (из смеси хлороформ — петролей-  
 ный эфир).

ИК-спектр (в хлороформе): 3495, 3400, 1660  $\text{см}^{-1}$ .

Найдено, %: С 60,72, 60,97; Н 7,60, 7,39; N 20,21, 20,09.

$\text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}$ .

Вычислено, %: С 60,87; Н 7,24; N 20,29.

Пример 2. Оксим 2-цианциклопентанона.  
 По методике, описанной в примере 1, полу-  
 чают оксим 2-цианциклопентанона путем рас-

щепления димерного 2-хлор-1-нитрозо-1 - аце-  
 тилциклопентана. При этом из 1,7 г  
 (0,0048 моль) димера 2-хлор-1-нитрозо - 1 -  
 ацетилциклопентана получают 0,71 г (59,2%)  
 оксима 2-цианциклопентанона с т. пл. 126—  
 127°C (из смеси хлороформ — петролейный  
 эфир).

ИК-спектр (в хлороформе): 3500, 3410, 1685—1673  $\text{см}^{-1}$ .

Найдено, %: С 58,07; Н 6,65; N 22,38, 22,83.  
 Вычислено, %: С 58,06; Н 6,45; N 22,58.

#### Предмет изобретения

1. Способ получения оксимов циклических  
 $\alpha$ -цианкетоннов, отличающийся тем, что 2-га-  
 логен-1- нитрозо- 1 - ацетилциклан обрабаты-  
 вают цианистым калием в спирте, например  
 метаноле, при нагревании с последующим вы-  
 делением целевого продукта известными прие-  
 мами.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что  
 нагревание ведут до температуры не выше  
 70°C.

Составитель Е. Дембовская

Редактор Л. К. Ушакова

Техред Т. П. Курилко

Корректор Е. И. Усова

Заказ 3090/2

Изд. № 1280

Тираж 473

Подписное

ЦНИИПИ Комитета по делам изобретений и открытий при Совете Министров СССР  
 Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Типография, пр. Сапунова, 2